

Д. С. Асанова, Н. С. Гусакова (Шляпкина), А. С. Васильев*, Н. А. Попов
Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина,
г. Екатеринбург
**timoshka_94@mail.ru*

ИССЛЕДОВАНИЕ СВОЙСТВ ПОРОШКА БРОНЗЫ С ПРИМЕНЕНИЕМ МЕТОДА ДИФФЕРЕНЦИАЛЬНОЙ СКАНИРУЮЩЕЙ КАЛОРИМЕТРИИ (ДСК)

В работе были исследованы свойства и поведение порошка бронзы марки БрОФ-10-1 при помощи метода дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК). Получены характеристические температуры наблюдаемых превращений, и количественно оценены тепловые эффекты путем численного интегрирования сигнала теплового потока. В результате полного переплава бронзового порошка в инертной атмосфере образец приобрел вид чистой блестящей капли почти сферической формы, при этом убыль массы составила 0,63 %.

Ключевые слова: порошковая металлургия, порошок бронзы, фазовые переходы, термический анализ.

D. S. Asanova, N. S. Gusakova (Shlyapkina), A. S. Vasilyev, N. A. Popov

INVESTIGATE PROPERTIES POWDER OF BRONZE WITH USE METOD OF DIFFERETIAL SCANNIG CALORIMETRY (DSC)

Properties and behavior of bronze powder of BrOF-10-1 grade were investigated using differential-scanning calorimetry (DSC) method. The characteristic temperatures of the observed transformations are obtained and the thermal effects are quantitatively estimated by numerical integration of the heat flux signal. As a result of the complete remelting of the bronze powder in an inert atmosphere, the sample took the form of a clean, shiny drop of almost spherical shape, while the mass loss was 0.63 %.

Keywords: powder metallurgy, bronze power, phase transitions, thermal analysis.

Порошковая металлургия является одним из важнейших направлений научно-технического прогресса. Ее современные технологии позволяют создавать новые материалы со специальными и уникальными свойствами. При изготовлении многих типов изделий из обычных материалов с обычным уровнем свойств, применив метод порошковой металлургии, можно получить изделия с лучшими технико-

экономическими показателями. Например, применение порошковых материалов в автопромышленности влечет за собой существенное снижение веса автомобилей, а также позволяет защитить детали машин и приборов от коррозии, которая ежегодно «съедает» десятки млн. тонн металла, принося убытков на сотни миллионов долларов [1].

Важнейшей задачей, которую позволяет решить порошковая металлургия, является производство металлических порошков. Качество получаемых изделий во многом зависит от качества используемого сырья – металлических порошков. Химические, физические и технологические свойства порошков определяются по стандартным методикам.

Цель работы являлось исследование свойств порошка бронзы марки БрОФ-10-1, из смеси порошков меди и олова, содержанием олова 10 мас. %, с применением метода дифференциально-сканирующей калориметрии (ДСК).

Метод ДСК в настоящее время широко применяется для измерения количества тепла: при ДСК-сканировании капсула с образцом либо нагревается, либо охлаждается с линейной скоростью (это «сканирующая» часть ДСК). В процессе сканирования выход энергии или поглощение ее образцом сравнивается количественно (то есть калориметрически) с реперным материалом (то есть дифференциально). Использование образцов малых навесок, а также сканирование с малыми скоростями позволяют достичь состояния близкого к равновесию протекающих процессов при нагревании и охлаждении, что дает возможность исследовать фазовые превращения методом ДСК с большей точностью. Поэтому метод ДСК очень плодотворный в научных и производственных целях для быстрого изучения термических свойств разнообразных веществ, таких, как минералы, керамические материалы, неорганические и органические химические соединения, металлы, сплавы, полимеры, а также в последнее время и биологические объекты [2].

Исследования проводились на высокотемпературном калориметре SETARAMMHTC, который относится к типу моделей Line 96. Взвешивание образцов проводилось на лабораторных электронных весах CPA225D фирмы «Sartorius AG».

Теплофизические свойства образца оценивали с помощью равновесной диаграммы Cu–Sn [3] (рис. 1).

Результаты ДСК плавления/кристаллизации показаны на рис. 2. Скорость изменения температуры ± 10 К/мин, масса образца $m = 87,07$ мг. Нагрев осуществлялся до температуры 1200 °С.

Обнаружено, что кривые теплового потока, описывающие плавление и кристаллизацию, имеют сложную форму. Наблюдаемые пики являются составными. Они содержат в себе высокотемпературное превращение, представленное небольшим острым пиком, и низкотемпературную составляющую в виде растянутого и асимметричного пика.

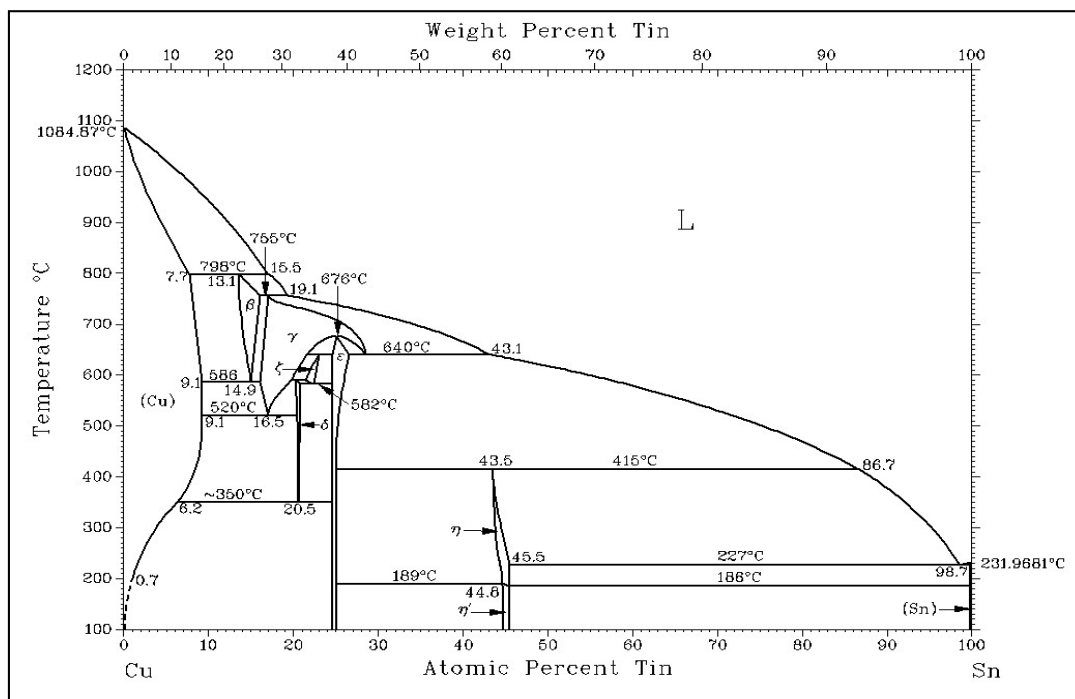


Рис. 1. Фазовая диаграмма Cu–Sn

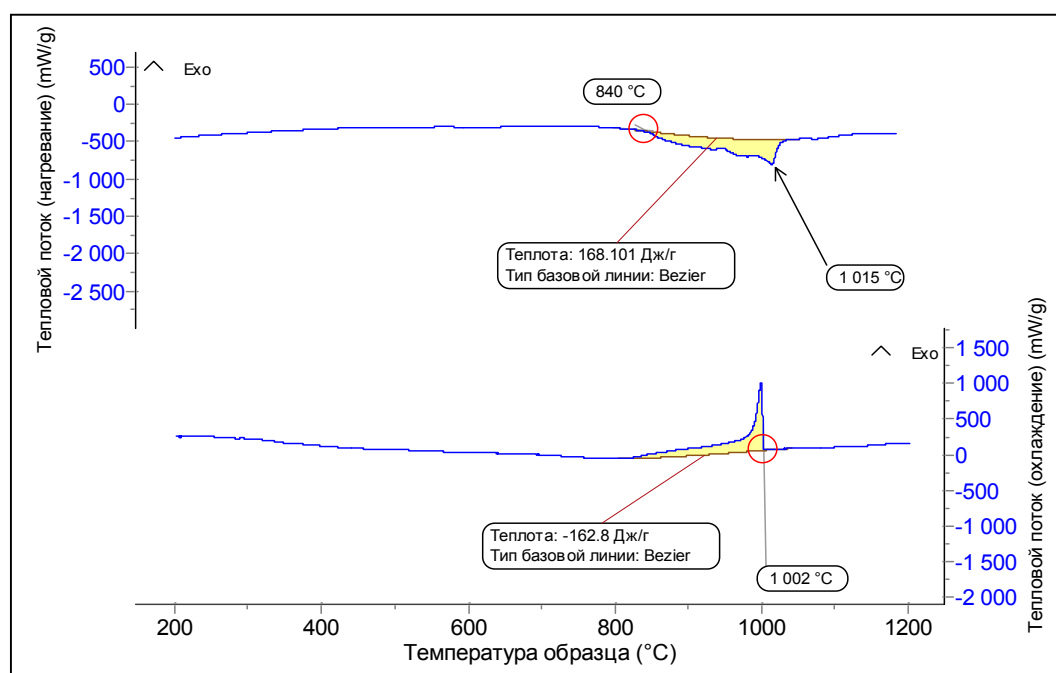


Рис. 2. ДСК нагрева и охлаждения порошка бронзы

Анализируя сплав, есть все основания считать, что у этого образца, процесс плавления является поливариантным, т. е. протекает в интервале температур между солидусом и ликвидусом. Для таких случаев процедура интерпретации пиков на термоаналитических кривых осуществляется иначе, чем для чистых металлов, т. е. из фигуры плавления на термоаналитической кривой должны быть извлечены температуры, как

начала, так и конца плавления. Температура солидуса, найденная как начало эндотермического (низкотемпературного) пика методом касательных, оказалась равной 840 °С, температура ликвидуса (вершина высокотемпературного пика) оценивалась по положению точки наибольшего отклонения теплового потока от базовой линии, выше которой поглощение тепла образцом завершается и сигнал возвращается на исходный уровень, эта температура оказалось равной 1015 °С. Тепловые эффекты плавления и кристаллизации говорят о полной термодинамической обратимости этих процессов. Они равны соответственно 168 и 163 Дж/г, т. е. близки друг к другу.

Для анализа полученных данных измеренные температуры солидуса и ликвидуса были наложены на фрагмент фазовой диаграммы Cu–Sn (рис. 3).

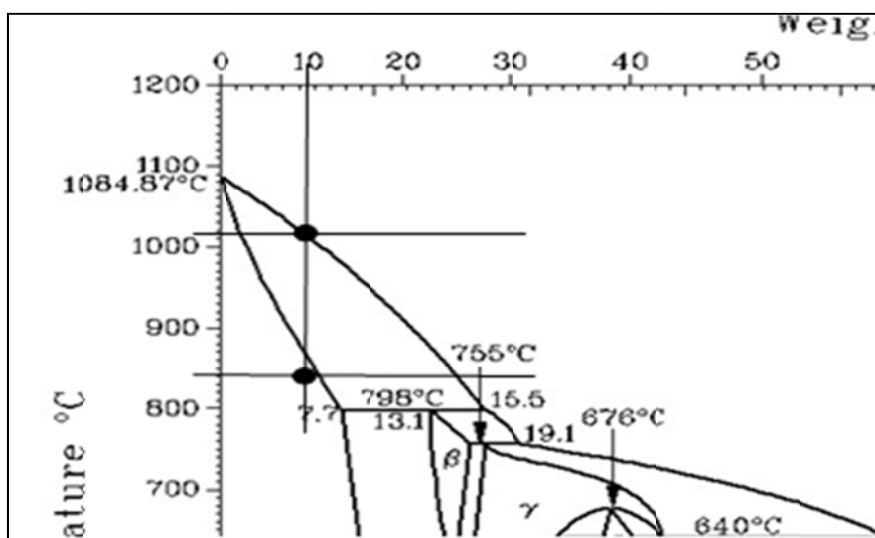


Рис. 3. Фрагмент фазовой диаграммы Cu–Sn

Сравнения показывают, что полученные результаты соответствуют температурному интервалу плавления, указанному в диаграмме состояния Cu–Sn (рис. 3). В результате опыта оказалось, что экспериментальная температура ликвидуса хорошо согласуется с фазовой диаграммой для данного содержания олова (Sn10 мас. %). Из диаграммы Cu–Sn (рис. 3) можно предположить, что в эксперименте наблюдаемое превращение является перитектическим. Найденная точка начала плавления, равная 840°C, отличается от справочных данных на 20 °С и, но эта величина согласуется в пределах погрешности измерений. Можно предположить, что для порошка данного состава использовалась иная фазовая диаграмма, которая несколько отличается от диаграммы Cu–Sn (рис. 3) или в порошке имеются небольшие примеси, растворенные газы.

После опыта образец выглядит матовым, имеет форму капли с частичным темным налетом на поверхности. Химическая природа этого налета не ясна, но его происхождение трудно объяснить одним только

окислением следами кислорода в аргоне, если учесть, что в опыте отмечена не прибыль, а небольшая убыль массы. Контрольное взвешивание образца после опыта показало, что масса образца уменьшилась до 86,52 мг, т. е. убыль массы не значительна и составляет 0,63 %. Такое изменение можно считать пренебрежимо малым.

ВЫВОДЫ

1. Получены оригинальные данные по теплофизическим свойствам порошка бронзы марки БрОФ-10-1. Методом ДСК измерены характеристические температуры наблюдаемых превращений (охлаждение/кристаллизация).

2. В результате опыта оказалось, что экспериментальная температура ликвидуса хорошо согласуется с фазовой диаграммой для данного содержания олова (Sn 10 мас. %).

3. Можно также предположить, что при производстве порошка данного состава могла быть использована иная фазовая диаграмма, которая несколько отличается от диаграммы Cu–Sn (рис. 3) или в порошке имеются небольшие примеси, растворенные газы. Причины данного типа остаются не ясными, для точного ответа необходим дополнительный химический анализ или дополнительные исследования.

ЛИТЕРАТУРА

1. Производство металлических порошков: учеб. для вузов. Т. 1. Процессы порошковой металлургии / Г. А. Либенсон [и др.]. Москва : МИСИС, 2002. 368 с.
2. Шестак Я. Теория термического анализа: Физико-химические свойства твердых неорганических веществ: пер. с англ. Москва : Мир, 1987.
3. Massalski T. B. Binary Alloy Phase Diagrams. 2nd ed. Ohio : ASMInternational; MaterialsPark, 1990.
4. Уэндландт У. Термические методы анализа. Москва : Мир, 1978. 528 с.